

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 11-144227

(43) Date of publication of application : 28.05.1999 ✓

(51) Int. Cl.

G11B 5/704  
B29C 55/12  
C08G 63/189  
C08J 5/18  
// B29K 67:00  
B29L 7:00  
C08L 67:02

ONLY MEMBER  
OF FAMILY

(21) Application number : 09-305766 (71) Applicant : TEIJIN LTD ✓

(22) Date of filing : 07.11.1997 (72) Inventor : KOSEKI MASAFUMI  
WATANABE HIDEAKI

(54) BIAXIALLY ORIENTED POLYETHYLENE-2, 6-NAPHTHALATE FILM FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a biaxially oriented polyester which shows little dimensional changes in the width direction although the film is formed thin and has high mechanical strength, and which shows good adhesion property with a magnetic layer because delamination on the film surface is hardly caused, which has high output characteristics, little error rate and good characteristics as a magnetic recording medium as a final product, especially as a digital videotape.

SOLUTION: The biaxially oriented polyethylene-2, 6-naphthalate film for a magnetic recording medium has the following properties. The film has <7 µm thickness, 850 kg/mm<sup>2</sup> Young's modulus in the longitudinal direction, 550 kg/mm<sup>2</sup> Young's modulus in the width direction, 0.01 % thermal shrinkage when the film is kept at 65° C for 9 days without load, and 1.485 refractive index in the thickness direction.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C) ; 1998, 2000 Japanese Patent Office

(11)Publication number : 11-144227

(43)Date of publication of application : 28.05.1999

(21)Application number : 09-305766 (71)Applicant : TEIJIN LTD

(22)Date of filing : 07.11.1997 (72)Inventor : KOSEKI MASAFUMI  
WATANABE  
HIDEAKI

(54) BIAXIALLY ORIENTED POLYETHYLENE-2,6-NAPHTHALATE FILM  
FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a biaxially oriented polyester which shows little dimensional changes in the width direction although the film is formed thin and has high mechanical strength, and which shows good adhesion property with a magnetic layer because delamination on the film surface is hardly caused, which has high output characteristics, little error rate and good characteristics as a magnetic recording medium as a final product, especially as a digital videotape.

SOLUTION: The biaxially oriented polyethylene-2,6-naphthalate film for a magnetic recording medium has the following properties. The film has <7  $\mu\text{m}$  thickness,  $\geq 850 \text{ kg/mm}^2$  Young's modulus in the longitudinal direction,  $\geq 550 \text{ kg/mm}^2$  Young's modulus in the width direction,  $\leq 0.01\%$  thermal shrinkage when the film is kept at 65°C for 9 days without load, and  $\geq 1.485$  refractive index in the thickness direction.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-144227

(43)公開日 平成11年(1999)5月28日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
G 11 B 5/704  
B 29 C 55/12  
C 08 G 63/189  
C 08 J 5/18  
// B 29 K 67:00

識別記号  
CFD

F I  
G 11 B 5/704  
B 29 C 55/12  
C 08 G 63/189  
C 08 J 5/18  
CFD

審査請求 未請求 請求項の数 6 OL (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-305766

(22)出願日 平成9年(1997)11月7日

(71)出願人 000003001  
帝人株式会社  
大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号  
(72)発明者 古関 雅文  
神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内  
(72)発明者 渡辺 秀明  
神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内  
(74)代理人 弁理士 前田 純博

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム

(57)【要約】

【課題】 フィルムが薄く、機械強度が高いにもかかわらず、幅方向の寸法変化が小さく、フィルム表面のアラミが少ないため磁性層との接着性が良く、出力特性が高く、エラーレートが少ないので、最終製品である磁気記録媒体、特にデジタルビデオテープとしたときの特性が非常に良好な二軸配向ポリエチレン。

【解決手段】 フィルムの厚みが7μm未満であり、縦方向のヤング率が850kg/mm<sup>2</sup>以上、かつ横方向のヤング率が550kg/mm<sup>2</sup>以上であり、縦方向の65°Cで無荷重下9日間保持したときの熱収縮率が0.01%以下であり、そして厚み方向の屈折率が1.485以上であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 フィルムの厚みが $7 \mu\text{m}$ 未満であり、縦方向のヤング率が $850 \text{ kg/mm}^2$ 以上、かつ横方向のヤング率が $550 \text{ kg/mm}^2$ 以上であり、縦方向の $65^\circ\text{C}$ で無荷重下9日間保持したときの熱収縮率が $0.01\%$ 以下であり、そして厚み方向の屈折率が $1.485$ 以上であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

【請求項2】 フィルム中に平均粒径 $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の不活性固体粒子を小粒径粒子として $0.05 \sim 0.4$ 重量%含有し、さらに平均粒径 $0.3 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の不活性固体粒子を大粒径粒子として $0.005 \sim 0.05$ 重量%含有し、そして大粒径粒子と小粒径粒子の平均粒径の差が $0.2 \mu\text{m}$ 以上である請求項1記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

【請求項3】 フィルムの、磁性層を塗布する側の表面粗さWRaが $2 \sim 6 \text{ nm}$ である請求項1記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

【請求項4】 フィルムが塗布型磁気記録媒体のベースフィルムである請求項1記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

【請求項5】 フィルムがデジタル記録型磁気記録媒体のベースフィルムである請求項1又は4記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

【請求項6】 フィルムがデータストレージ用磁気テープのベースフィルムである請求項1、4又は5記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルムに関し、更に詳しくは高密度記録の磁気記録媒体、特にデータストレージ用テープのベースフィルムとして有用な二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルムに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、磁気記録媒体については、従来のアナログ記録方式のものに比して、高画質、高音質の記録、再生が可能なデジタル記録方式の記録媒体の開発が進められている。このデジタル記録方式では、高画質、高音質化とともに、記録時間の長時間化、カセットサイズのコンパクト化が進められ、この要求も強く、磁気テープ厚みの薄膜化、ひいてはベースフィルムの薄膜化が必須となっている。

【0003】 一方、磁気テープ厚みが薄くなると、該テープの剛性が低下し、記録・再生の際に、磁気ヘッドと

の接触状態が悪化し、高画質、高音質を得るのが難しくなる。

【0004】 上記の薄膜化とテープの剛性ダウンを同時に解決する方法としては、ポリエステルとしてポリエチレン-2, 6-ナフタレートを使用したフィルム（特開昭62-135339号）などが挙げられるが、近年特に、QIC、DLT等に代表されるリニアトラック方式の磁気記録媒体においては、テープの薄膜化、高強度とともに、テープ幅方向の使用環境下における温度上昇による寸法変化が重要な問題となっている。

【0005】 また、基材としてポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルムを使用した場合、フィルム面内の配向が強いこと及び、ポリマーの性質から極く表面がデラミしやすい状態になり、磁気テープとした場合磁性層との接着性の低下あるいは磁性層剥離等を引き起こすなどの問題があり、今だ十分な対策がなされていない。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記課題を解決し、フィルムが薄く、機械強度が高いにもかかわらず、幅方向の寸法変化が小さく、フィルム表面のデラミが少ないため磁性層との接着性が良く、出力特性が高く、エラーレートが少ない、最終製品である磁気記録媒体、特にデジタルビデオテープとしたときの特性が非常に良好な二軸配向ポリエステルを提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の目的は、本発明によれば、フィルムの厚みが $7 \mu\text{m}$ 未満であり、縦方向のヤング率が $850 \text{ kg/mm}^2$ 以上、かつ横方向のヤング率が $550 \text{ kg/mm}^2$ 以上であり、縦方向の $65^\circ\text{C}$ で無荷重下9日間保持したときの熱収縮率が $0.01\%$ 以下であり、そして厚み方向の屈折率が $1.485$ 以上であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルムによって達成される。

【0008】 本発明において、フィルムを構成するポリエチレン-2, 6-ナフタレートは、ナフタレンジカルボン酸を主たる酸成分とするが、少量の他のジカルボン酸成分を併用してもよく、またエチレングリコールを主たるグリコール成分とするが、少量の他のグリコール成分を併用してもよいポリマーである。

【0009】 ナフタレンジカルボン酸以外のジカルボン酸としては、例えばテレフタル酸、イソフタル酸、ジフェニルスルホンジカルボン酸、ベンゾフェノンジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸などの脂肪族ジカルボン酸、ヘキサヒドロテレフタル酸、1, 3-アダマンタンジカルボン酸などの脂環族ジカルボン酸、4, 4'-ジフェニルジカルボン酸などを挙げができる。これらナフタレンジカルボン酸以外のジカルボン酸

50

3

成分は、全酸成分に対して、10モル%以下併用させた場合、特にフィルムのデラミネーションが良好となり、本発明の効果がより一層発現するので好ましい。

【0010】また、エチレングリコール以外のグリコール成分としては、例えば1, 3-プロパンジオール、1, 4-ブタジオール、1, 6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、p-キシリレンジグリコールなどをあげることができる。また、ポリマー中に安定剤、着色剤等の添加剤を配合したものでもよい。

【0011】このようなポリエチレン-2, 6-ナフタレートは通常溶融重合法によって公知の方法で製造される。この際、触媒等の添加剤は必要に応じて任意に使用することができる。

【0012】ポリエチレン-2, 6-ナフタレートの固有粘度は0.45~0.90の範囲にあることが好ましい。

【0013】本発明において上述のポリエチレン-2, 6-ナフタレートに含有させる不活性固体粒子としては、好ましくは(1)二酸化ケイ素(水和物、ケイソウ土、ケイ砂、石英、単分散シリカ等を含む)；(2)アルミナ；(3)SiO<sub>2</sub>分を30重量%以上含有するケイ酸塩(例えば非晶質あるいは結晶質の粘土鉱物、アルミノシリケート(焼成物や水和物を含む)、温石綿、ジルコン、フライアッシュ等)；(4)Mg、Zn、Zr、及びTiの酸化物；(5)Ca、及びBaの硫酸塩；(6)Li、Ba、及びCaのリン酸塩(1水素塩や2水素塩を含む)；(7)Li、Na、及びKの安息香酸塩；(8)Ca、Ba、Zn、及びMnのテレタル酸塩；(9)Mg、Ca、Ba、Zn、Cd、Pb、Sr、Mn、Fe、Co、及びNiのチタン酸塩；(10)Ba、及びPbのクロム酸塩；(11)炭素(例えばカーボンブラック、グラファイト等)；(12)ガラス(例えばガラス粉、ガラスピース等)；(13)Ca、及びMgの炭酸塩；(14)ホタル石；(15)ZnSが例示される。更に好ましくは、二酸化ケイ素、無水ケイ素、含水ケイ酸、アルミナ、ケイ酸アルミニウム(焼成物、水和物等を含む)、磷酸1リチウム、磷酸3リチウム、磷酸ナトリウム、磷酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化チタン、安息香酸リチウム、これらの化合物の複塩(水和物を含む)、ガラス粉、粘土(カオリ、ペントナイト、白土等を含む)、タルク、ケイソウ土、炭酸カルシウム等が例示される。特に好ましくは、単分散シリカ、酸化チタン、アルミナ、炭酸カルシウムが挙げられる。

【0014】本発明においてはかかる不活性固体粒子のうち、小粒径粒子としてはその平均粒径が0.05~0.3μm、好ましくは0.10~0.3μmのものを、その添加量が0.05~0.4重量%、好ましくは0.1~0.3重量%を満足する範囲で用い、かつ大粒

4

径粒子としてはその平均粒径が0.3~1.0μm、好ましくは0.5~0.8μmのものを、その添加量が0.005~0.05重量%、好ましくは0.01~0.03重量%を満足する範囲で用いる。大粒径粒子は電磁変換特性上多くを添加しない方が望ましいが、添加しないと巻取が困難となる。したがって、大粒径粒子は極く少量添加し、巻取性を良化させるのが好ましい。しかし、0.05重量%より多く添加すると、電磁変換特性が悪化するので好ましくない。一方、小粒径粒子は、0.05重量%以上添加しないと、大粒径粒子を添加しても巻取が難しく、また0.4重量%より多く添加すると、電磁変換特性上好ましくない。このとき、大粒径粒子と小粒径粒子との平均粒径の差は0.2μm以上が必要であり、好ましくは0.3μm以上である。この差が0.2μmより小さいと、巻取性と電磁変換特性との両方とも満足するものは得られない。

【0015】本発明のフィルムは、縦方向のヤング率が850kg/mm<sup>2</sup>以上、横方向のヤング率が550kg/mm<sup>2</sup>以上であることが必要である。縦、横方向のヤング率が上記範囲未満の場合、テープ走行中にテープエッジが折れ曲ったり、テープが伸びてしまう場合があり、磁気ヘッドへの押しつけも弱くなるため、電磁変換特性が悪化し、好ましくない。

【0016】かかるヤング率を得る手段としては、一般的なロールやステンダーを用いて縦横同時に延伸してもよく、また縦横方向に各々逐次に延伸してもよく、また縦横方向に2段以上延伸する方法を用いてもよい。

【0017】本発明のフィルムは全厚みが7μm未満であることが必要である。フィルムの厚みが7μm以上の場合、テープの長時間化及びカセットサイズのコンパクト化が出来なくなるので、好ましくない。

【0018】本発明のフィルムは、厚み方向の屈折率が1.485以上であることが必要であり、好ましくは1.490以上、更に好ましくは1.495以上である。この屈折率が1.485未満であると、フィルムがデラミネーションを起こしやすくなり、フィルムの加工工程においてデラミ部分が削れ、加工工程を汚したり、削れ物がフィルムに付着し、エラーレートの原因になり、好ましくない。また、フィルムのデラミネーションが悪化すると、磁性層を塗布した後において、磁性層とベースフィルムの接着性が局部的に悪化し、磁性層の部分的な剥離が生じ、ドロップアウト(D/O)が増加する等の問題が生じるので、好ましくない。

【0019】フィルム厚み方向の屈折率を高くするには、フィルム延伸倍率を低くし、熱固定温度を高くすること、またはポリエステルの酸成分として、ナフタレン-2, 6-ジカルボン酸と他の成分を共重合させることによって達成できるが、延伸倍率を低くすると、本発明の目的であるヤング率がかなり低下してしまうため、好ましくない。

【0020】一方、熱固定温度を上げて、厚み方向の屈折率を上げる場合は、ヤング率がほとんど低下せず、従って熱固定温度をあげることで調整することが好ましい。熱固定温度は200～250℃が好ましい。また、熱固定温度を上げて厚み方向の屈折率を上げることは、本発明の必須条件であるフィルム幅方向の熱収を下げる効果も有り、好ましい。また、ポリエステルの酸成分として、ナフタレン-2, 6-ジカルボン酸以外に少量の酸成分を共重合させてもよい。

【0021】本発明のフィルムは、65℃無荷重下で9日間熱処理したときの縦方向の熱収縮率が0.01%以下である必要がある。好ましくは0.08%以下である。この熱収縮率が0.01%より大きいと、テープにした後、熱的非可逆変化が生じ、VTR等で記録と再生の温度が異なるとき画面にスキュー歪を生じる。またデータストレージ用テープでは、トラックずれが発生し、エラーレートの原因になるので好ましくない。

【0022】この熱収縮率を下げる手段としては、延伸後の熱処理温度(=熱固定温度)を上げることで達成でき、この手法は本発明のフィルムを得るために好ましい。但し、手法としてはこの方法に限定されるものではない。

【0023】本発明のフィルムは、フィルムの表面粗さ(WRa)が2.0～6.0nmであることが好ましい。このWRaが6.0nmより大きくなると、高密度記録用の磁気テープとして必要な電磁変換特性を維持することは難しく、またWRaが2.0nmより小さくなると、摩擦係数が大きくなり、フィルムの取扱い性及びロール状に巻き上げることが非常に難しくなる。

【0024】次に、本発明の磁気記録媒体用ポリエステルフィルムの好ましい製造方法を示し説明するが、これに限定されものではない。

【0025】まず、フィルムを構成するポリエチレン-2, 6-ナフタレートに粒子を含有せしめる方法としては、ジオール成分であるエチレングリコールにスラリーの形で分散させ、このエチレングリコールを所定のジカルボン酸成分と重合するのが好ましい。また粒子の水スラリーを直接所定のポリエチレン-2, 6-ナフタレートペレットと混合し、ペント式2軸混練押出機を用いてポリエチレン-2, 6-ナフタレートに練り込む方法も用いることができる。

【0026】粒子の含有量を調節する方法としては、上記方法で高濃度マスターを作つておき、それを製膜時に粒子を実質的に含有しないポリマで希釈して粒子の含有量を調節する方法が有効である。

【0027】粒子を所定量含有するペレットを必要に応じて乾燥したのち、公知の溶融押出機に供給し、スリット状のダイからシート状に押出し、キャスティングロール上で冷却固化せしめて未延伸フィルムを作る。この場合、ポリマ流路に高精度フィルター、スタティックミキ

サー、ギヤポンプを設置する方法は本発明の効果をより一層良好とするのに有効である。特に高精度フィルターは95%濾過が10μm、好ましくは5μm、さらに好ましくは3μmであると本発明の効果に有効である。

【0028】次に、この未延伸フィルムを二軸延伸し、二軸配向させる。延伸方法としては、逐次二軸延伸または同時二軸延伸法を用いることができる。ただし、最初に縦方向、次に幅方向の延伸を行なう逐次二軸延伸法を用い、縦延伸温度120～150℃、好ましくは120～140℃、縦縦延伸倍率4.0～6.0倍、好ましくは4.5～5.5倍、縦延伸速度10,000～50,000%/分の範囲で行なうのが好ましい。幅方向の延伸方法としてはテンターを用いる方法が好ましく、延伸温度140～180℃、好ましくは150～180℃と縦延伸温度より高めに設定を行ない、幅方向延伸倍率は3.0～5.0倍、幅方向の延伸速度1,000～20,000%/分の範囲で行なうのが好ましい。その際、縦縦延伸倍率は幅方向の延伸倍率より高めにする。さらに必要に応じて、再縦延伸、再横延伸を行なう。その場合の延伸条件としては縦方向の延伸は130～180℃、再延伸倍率1.1～2.0倍、幅方向の延伸方向としてはテンターを用いる方法が好ましく、延伸温度130～180℃、幅方向の再延伸倍率は1.1～2.0倍で行なうのが好ましい。

【0029】次にこの二軸配向フィルムを熱処理する。この場合の熱処理温度は170～260℃、特に200～250℃で、時間は0.5～60秒の範囲が好適である。

【0030】本発明のフィルムは、磁気記録媒体のベースフィルムとして用いられるが、好ましくは塗布型の磁気記録媒体用、更に好ましくはデジタル記録型磁気媒体用、更にはデータストレージテープ用として用いた場合、本発明の効果がより一層顕著となるので好ましい。

### 【0031】

【実施例】以下、実施例をあげて本発明を更に説明する。尚、本発明における種々の物性値及び特性は以下の如くして測定したものであり、かつ定義される。

#### 【0032】(1) ヤング率

フィルムを試料巾10mm、長さ15cmに切り、チャック間100mmにして引張速度10mm/分、チャート速度500mm/分にインストロンタイプの万能引張試験装置にて引張り、得られる荷重一伸び曲線の立上り部の接線よりヤング率を計算する。

【0033】(2) フィルム表面粗さ(WRa)  
WYKO社製非接触三次元粗さ計(TOPO-3D)を用いて測定倍率40倍、測定面積 $242\mu\text{m} \times 239\mu\text{m}$ ( $0.058\text{mm}^2$ )の条件にて測定を行ない、同粗さ計に内蔵ソフトによる表面解析より、WRaは以下の式により計算され、アウトプットされる値を用いる。

#### 【0034】

## 【数1】

$$WR_a = \sum_{k=1}^M \sum_{j=1}^N |Z_{jk} - \bar{Z}| / (M \cdot N)$$

$$\text{ここで、 } \bar{Z} = \sum_{k=1}^M \sum_{j=1}^N Z_{jk} / (M \cdot N)$$

【0035】  $Z_{jk}$  は測定方向 ( $242 \mu\text{m}$ )、それと直行する方向 ( $239 \mu\text{m}$ ) をそれぞれ M 分割、N 分割したときの各方向の j 番目、k 番目の位置における 2 次元粗さチャート上の高さである。

## 【0036】 (3) 屈曲率

アツベ屈折計 (株式会社アタゴ製) を用い、 $25^\circ\text{C}$  にて Na-D 線を用いてフィルム厚み方向の屈折率を求める。フィルムサンプルの表、裏両面について測定し、その平均値を屈折率 ( $n_z$ ) とする。

## 【0037】 (4) 热収縮率

$65^\circ\text{C}$  に設定されたオープンの中にあらかじめ正確な長さを測定した長さ約  $30\text{ cm}$ 、巾  $1\text{ cm}$  のフィルムを無荷重で入れ、9 日間熱処理し、その後オープンよりサンプルを取り出し、室温に戻してからその寸法の変化を読み取る。熱処理前の長さ ( $L_0$ ) と熱処理による寸法変化量 ( $\Delta L$ ) より、次式 (数2) で熱収縮率を求める。

## 【0038】

## 【数2】

$$\text{熱収縮率} = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100$$

## 【0039】 (5) 不活性固体粒子の平均粒径

島津製作所製 CP-50 型セントリフューゲル パーティクル サイズ アナライザー (Centrifugal Particle Size Analyzer) を用いて測定する。得られる遠心沈降曲線をもとに算出する各粒径の粒径とその存在量との累積曲線から、50 マスパーセント (mass percent) に相当する粒径を読み取り、この値を上記平均粒径とする。

## 【0040】 (6) 電磁変換特性

シバソク (株) 製ノイズメーターを使用し、ビデオ用磁気テープの S/N 比を測定する。VTR はソニー (株) 製 EV-S700 である。

## 【0041】 (7) スキー

スキー特性は常温 ( $20^\circ\text{C}$ ) 常湿下で録画したビデオテープを  $65^\circ\text{C}$  で 9 日間熱処理した後、再び常温常湿下で再生し、ヘッド切換点におけるズレ量を読み取る。

## 【0042】 (8) ドロップアウト

市販のドロップアウトカウンター (例えばシバソク VH 01BZ 型) にて  $5 \mu\text{SEC} \times 10 \text{dB}$  のドロップアウトをカウントし、1 分間のカウント数を算出する。

## 【0043】 (9) 卷き上がり良品率

フィルムを  $500\text{ mm}$  巾で  $4000\text{ m}$ 、ロール状に 100 本巻き取ったときに得られる良品数を百分率で示す。

このとき良品とは、次のものをいう。

① フィルムが円筒上に巻き上げられており、角ばったり、たれさがつたりしていない。

② フィルムロールにしわの発生がない。

## 【0044】 (10) 磁気テープの耐久性

ソニー (株) 製 EV-S700 で走行開始、停止を繰り返しながら 100 時間走行させ、走行状態を調べるとともに出力測定を行う。このときの磁気テープの走行耐久性を下記のように判定する。

## 10 &lt;3段階判定&gt;

○：テープの端が折れたり、ワカメ状にならない。また、削れがなく、白粉付着がない。

△：若干テープの端の折れやワカメが発生したり、少量の白粉付着が見られる。

×：テープの折れやワカメの発生が著しい。また、テープ削れが著しく、白粉が多量に発生する。

## 【0045】 (11) フィルムのデラミネーション

フィルムを縦方向 (MD) に  $15\text{ cm}$ 、巾方向 (TD) に  $10\text{ cm}$  に切り、フィルム縦方向に平行に  $5\text{ cm}$  の切れ目を入れる。このサンプルを引張速度  $1\text{ m}/\text{min}$  で、インストロタイプの万能引張試験装置を用いて縦方向に平行に切れ目にそって引き裂き、引き裂かれたフィルム端面  $5\text{ cm}$  を倍率  $100$  倍の実体顕微鏡で観察する。試験は  $n = 10$  回を行い、3段階でデラミネーション (層間剥離) の評価を行う。

○：デラミなし

△：部分的にわずかにデラミがあるが良好

×：デラミ部がかなり多い

【0046】 [実施例1] 平均粒径  $0.1 \mu\text{m}$  の単分散

30 シリカ粒子を  $0.2$  重量%、平均粒径  $0.6 \mu\text{m}$  の炭酸カルシウム粒子を  $0.015$  重量% 含有した固有粘度  $0.63 \text{ dl/g}$  (オルソクロロフェノールを溶媒として用い、 $25^\circ\text{C}$  で測定した値) のポリエチレン-2, 6-ナフタレートを  $180^\circ\text{C}$  で 5 時間乾燥した後、 $300^\circ\text{C}$  で溶融押出し、 $60^\circ\text{C}$  に保持したキャスティングドラム上で急冷固化せしめて、未延伸フィルムを得た。

【0047】 この未延伸フィルムを速度差をもった 2 つのロール間で  $120^\circ\text{C}$  の温度で 5.2 倍延伸し、さらにテンダーによって横方向に 4.3 倍延伸し、その後  $22^\circ\text{C}$  にて 15 秒間熱処理をした。

【0048】 このようにして、厚さ  $6 \mu\text{m}$  の二軸配向フィルムを得、巻き取った。

【0049】 一方、下記に示す組成物をボールミルに入れ、16 時間混練、分散した後、イソシアネート化合物 (バイエル社製のデスマジュール L) 5 重量部を加え、1 時間高速剪断分散して磁性塗料とした。

磁性塗料の組成：

針状 Fe 粒子 100 重量部

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体 15 重量部

50 (積水化学製エスレック 7A)

熱可塑性ポリウレタン樹脂	5重量部
酸化クロム	5重量部
カーボンブラック	5重量部
レシチン	2重量部
脂肪酸エステル	1重量部
トルエン	50重量部
メチルエチルケトン	50重量部
シクロヘキサン	50重量部

【0050】この磁性塗料を上述のポリエチレンー2, 6—ナフタレートフィルムの片面に塗布厚さ2μmとなるように塗布し、次いで2500ガスの直流磁場中で配向処理を行ない、100℃で加熱乾燥後、スーパーカレンダー処理（線圧200kg/cm、温度80℃）を行ない、巻き取った。この巻き取ったロールを55℃のオーブン中に3日間放置した。

【0051】さらに下記組成のバックコート層塗料を厚さ1μmに塗布し、乾燥させ、さらに8mmに裁断し、磁気テープを得た。

#### バックコート層塗料の組成：

カーボンブラック	100重量部
熱可塑性ポリウレタン樹脂	60重量部
イソシアネート化合物	18重量部
(日本ポリウレタン工業社製コロネットL)	
シリコーンオイル	0.5重量部
メチルエチルケトン	250重量部
トルエン	50重量部

【0052】得られたフィルム及びテープの特性を表1に示す。この表から明らかのように、耐アラミ性、巻き取り性も良く、電磁変換特性、スクュー特性、走行耐久性、%も良好であった。

【0053】[実施例2] 実施例1における添加不活性固体粒子の代わりに、小粒径粒子として平均粒径0.1μmの単分散シリカ粒子を0.02重量%含有させ、他は同様にして未延伸フィルムを得た。

【0054】この未延伸フィルムを速度差をもった2つのロール間で120℃の温度で5.2倍延伸し、更にテンターによって横方向に4.3倍延伸し、その後220℃で10秒間熱処理をした。更に110℃に加熱されたオーブンにより浮遊熱処理を実施し、これにより0.3%弛緩処理した、厚み4.5μmの二軸配向フィルムを得た。

得た。

【0055】以下、実施例1と同様にしてテープを得た。この結果を表1に示す。実施例1と同様に良好な結果が得られた。

【0056】[実施例3] 添加する不活性固体粒子は実施例2と同様にして、酸成分として4,4'ジフェニルジカルボン酸を全酸成分あたり3mol 1%含有するポリエチレンー2,6—ナフタレートを実施例1と同様にしてフィルムおよびテープを得た。この結果を表1に示す。実施例1と同様に良好で特に耐アラミ性が良い結果が得られた。

【0057】[比較例1] 実施例1において、縦延伸倍率を3.6倍、横延伸倍率を3.9倍にして（その他条件は実施例1と同一）、厚み4.5μmの二軸配向フィルム及びテープを得た。その結果を表1に示す。ヤング率が低いために走行性は不良であった。また、電磁変換特性もテープの腰が弱いため、良くなかった。

【0058】[比較例2] 実施例1において縦延伸倍率を6.1倍、ヨコ延伸倍率を3.9倍とし、熱処理を190℃で10秒間（その他は実施例1同一）して厚み4.5μmの二軸配向フィルム及びテープを得た。その結果を表1に示す。延伸倍率が高く、熱処理温度が低いため、厚み方向の屈折率が低くなり、その結果アラミ性が悪く、MAGの局部的ハフリによると思われるD/Oが悪い結果となった。

【0059】[比較例3] 実施例1において、熱処理温度を190℃で10秒間にし（その他は、実施例1と同じ）、フィルム及びテープを得た。その結果を表1に示す。熱処理温度が低いため、熱収縮率が高くなり、その結果として、スクュー特性が実施例1より悪い結果となつた。

【0060】[比較例4] 実施例1において、不活性粒子の代わりに平均粒径0.1μmの単分散シリカ粒子を0.3重量%のみ含有させ（その他は実施例1と同一）、フィルム及びテープを得た。その結果を第1表に示す。含有する不活性粒子が単成分でかつ、表面粗さRaが低いため、かなり巻き取り性が悪い結果となつた。

【0061】

11

12

		実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	
ポリマー		PEN	PEN	PEN (4,4'-D共重合)	PEN	PEN	PEN	PEN	
フィルム厚み	μm	6	4.5	6	4.5	4.5	6	6	
添加粒子	種類	—	シリカ	シリカ	シリカ	シリカ	シリカ	シリカ	
	粒径	μm	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
	添加量	重量%	0.3	0.2	0.2	0.3	0.3	0.3	
	種類	—	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	—	
	粒径	μm	0.6	0.8	0.6	0.6	0.6	—	
	添加量	重量%	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	—	
<ベースフィルム特性>									
表面粗さ	WR a	nm	6.0	4.0	4.5	4.9	5.0	1.9	
ヤング率	MD	kg/mm <sup>2</sup>	890	860	850	1000	890	890	
	TD	kg/mm <sup>2</sup>	580	560	560	650	570	580	
熱収縮率	TD (65°C × 9日)	%	0.008	0.004	0.006	0.008	0.001	0.02	0.008
厚み方向屈曲率	—	1.486	1.491	1.496	1.490	1.470	1.485	1.486	
デラミ性	—	○	○	○	○	×	○	○	
巻き上がり良品率	%	95	93	94	90	93	90	45	
<磁気テープ特性>									
電磁変換特性	dB	±0 (基準)	+2.0	+1.0	-1.0	±0	±0	+2.5	
スキー	μ sec	3	1	3	4	3	15	6	
D/O	タ/min	7	6	6	8	30	7	7	
走行耐久性		○	○	○	×	○	○	○	

## 【0062】

【発明の効果】本発明によれば、電磁変換特性、走行耐久性、スキー歪、巻き取り性、耐デラミ性に優れ、ドロップアウト(=エラーレート)の少ない高密度磁気記

録媒体のベースフィルムとして有用な二軸配向ポリエチレンー2, 6—ナフタレートフィルムを提供することができる。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B 29 L 7:00

C 08 L 67:02

**\* NOTICES \***

The Japanese Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] The thickness of a film is less than 7 micrometers, and lengthwise Young's modulus is 2 850kg/mm. The Young's modulus of the above and longitudinal direction is 2 550kg/mm. Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums which it is above, and the rate of a thermal contraction when holding for no-load lower nine days at lengthwise 65 degrees C is 0.01% or less, and is characterized by the refractive index of the thickness orientation being 1.485 or more - 2, 6-naphthalate film.

[Claim 2] Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums according to claim 1 whose difference of the mean particle diameter of a large drop radial ball child and a granule radial ball child it contains 0.005 to 0.05% of the weight, containing 0.05 to 0.4% of the weight, and using [ make the inactive particle of 0.05-0.3 micrometers of mean particle diameters into a granule radial ball child into a film, ] the inactive particle of 0.3-1.0 micrometers of mean particle diameters as a large drop radial ball child further, and is 0.2 micrometers or more - 2, 6-naphthalate film.

[Claim 3] Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums according to claim 1 whose surface roughness WRa of the side which applies the magnetic layer of a film is 2-6nm - 2, 6-naphthalate film [a claim 4] Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums according to claim 1 whose film is a base film of an applied type magnetic-recording medium - 2, 6-naphthalate film [a claim 5] Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums according to claim 1 or 4 whose film is a base film of a digital-storage type magnetic-recording medium - 2, 6-naphthalate film.

[Claim 6] Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums according to claim 1, 4, or 5 whose film is a base film of the magnetic tape for data storage - 2, 6-naphthalate film.

---

[Translation done.]

**\*NOTICES \***

**The Japanese Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

**DETAILED DESCRIPTION****[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

[The technical field to which invention belongs] this invention is biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums. - It is related with 2 and 6-naphthalate film, and is still detailed useful biaxial-orientation polyethylene as the magnetic-recording medium of high-density record, especially a base film of the tape for data storage. - It is related with 2 and 6-naphthalate film.

**[0002]**

[Description of the Prior Art] In recent years, about the magnetic-recording medium, record of high definition and the quality of loud sound and the development of the record medium of a reproducible digital-storage method are furthered as compared with the thing of the conventional analog recording method. Long-time-izing of a chart lasting time and miniaturization of a cassette size advance with high definition and quality-ization of loud sound, \*\* and this demand are also strong and thin-film-izing of magnetic tape thickness, as a result thin-film-izing of a base film are indispensable in this digital-storage method.

[0003] On the other hand, if magnetic tape thickness becomes thin, the rigidity of this tape falls, in case it is record and regeneration, the contact status with the magnetic head will get worse, and it will become difficult to obtain high definition and the quality of loud sound.

[0004] As the technique of solving simultaneously the above-mentioned thin-film-izing and rigid down of a tape, it is polyethylene as polyester. - Although the film (Provisional Publication No. 135339 [ 62 to ]) which used 2 and 6-naphthalate is mentioned, it sets to the magnetic-recording medium of the linear truck method represented by QIC, DLT, etc. especially in recent years, and the dimensional change by the temperature rise under the operating environment of the tape cross direction poses the important problem with thin-film-izing of a tape, and high intensity.

[0005] moreover, it will be in the status that a \*\*\*\* front face tends to \*\*\*\*\* from that the orientation in a film side is strong when polyethylene-2 and 6-naphthalate film is used as a base material, and the property of a polymer, when it considers as a magnetic tape, there are problems, such as causing an adhesive fall or adhesive magnetic layer sublation with a magnetic layer etc., and it is now -- sufficient cure is not made

**[0006]**

[Problem(s) to be Solved by the Invention] It solves the above-mentioned technical problem, its film is thin, although the mechanical strength of this invention is high, its crosswise dimensional change is small, since there is little \*\*\*\*\* on the front face of a film, its adhesive property with a magnetic layer is good, its output characteristics are high, and the property when considering as the magnetic-recording medium whose error rate is a few final product, especially digital videotape aims at offering very good biaxial-orientation polyester.

**[0007]**

[Means for Solving the Problem] According to this invention in the purpose of this invention, the thickness of a film is less than 7 micrometers. Lengthwise Young's modulus is 2 850kg/mm. The Young's modulus of the above and longitudinal direction is 2 550kg/mm. It is above. Biaxial-orientation polyethylene for magnetic-recording mediums which the rate of a thermal contraction when holding for no-load lower nine days at lengthwise 65 degrees C is 0.01% or less, and is characterized by the refractive index of the thickness orientation being 1.485 or more - It is attained

by 2 and 6-naphthalate film.

[0008] Polyethylene which constitutes a film in this invention - 2 and 6-naphthalate is the polymer which may use together other little dicarboxylic-acid components although a naphthalene dicarboxylic acid is used as a main acid component, and may use other little glycol components together although ethylene glycol is used as a main glycol component.

[0009] As dicarboxylic acids other than a naphthalene dicarboxylic acid, an alicycle group dicarboxylic-acids [ , such as aliphatic dicarboxylic-acids /, such as aromatic dicarboxylic acids, such as a terephthalic acid, an isophthalic acid, a diphenylsulfone dicarboxylic acid, and a benzophenone dicarboxylic acid, a succinic acid, an adipic acid, a sebacic acid, and a dodecane dicarboxylic acid, /, hexahydro terephthalic-acid 1, and 3-adamantane dicarboxylic acid ], 4, and 4'-diphenyl dicarboxylic acid etc. can be mentioned, for example. dicarboxylic-acid components other than these naphthalene dicarboxylic acid -- all acid components -- receiving -- less than [ 10 mol % ] -- the case where it is made to use together -- especially -- the delamination of a film -- being good -- since it becomes and the effect of this invention is much more discovered, it is desirable

[0010] Moreover, as glycol components other than ethylene glycol, 1, 3-propanediol, 1, 4-butanediol, 1, 6-hexandiol, neopentyl glycol, 1, 4-cyclohexane dimethanol, p-xylylene glycol, etc. can be raised, for example. Moreover, what blended additives, such as a stabilizer and a coloring agent, into the polymer may be used.

[0011] Such polyethylene - 2 and 6-naphthalate is usually manufactured by well-known technique by the melting polymerization method. In this case, additives, such as a catalyst, can be used arbitrarily if needed.

[0012] Polyethylene - As for the intrinsic viscosity of 2 and 6-naphthalate, it is desirable that it is in the domain of 0.45-0.90.

[0013] It sets to this invention and is above-mentioned polyethylene. - as an inactive particle which 2 and 6-naphthalate is made to contain desirable -- (1) silicon dioxide (a hydrate, the diatom earth, silica sand, and a quartz --) a mono dispersion silica etc. is included -- silicate which contains a part for; 30% of the weight or more (2) alumina;(3) SiO<sub>2</sub> (for example, the clay mineral of an amorphous substance or a crystalline substance --) An aluminosilicate (a baking object and a hydrate are included), a chrysotile, zircon, Fly ash etc.; (4);[ oxide / of Mg, Zn, Zr, and Ti ] (5) calcium, And sulfate;(6) Li of Ba, phosphate (one hydrogen-salt and two hydrogen salts are included);(7) Li of Ba and calcium, Benzoate;(8);[ terephthal acid chloride / of calcium, Ba, Zn, and Mn ] (9) Mg of Na and K, Titanate;(10) Ba of calcium, Ba, Zn, Cd, Pb, Sr, Mn, Fe, Co, and nickel, and chromate; (11) carbon (for example, carbon black, graphite, etc.); (12) glass [ of Pb ]; (for example, a glass powder, a glass bead, etc.) (13) -- carbonate;(14) fluorite;(15) ZnS of calcium and Mg is illustrated Furthermore, a silicon-dioxide, anhydrous silicon, and water silicic acid, an alumina, an aluminum silicate (a baking object, a hydrate, etc. are included), phosphoric-acid 1 lithium, phosphoric-acid 3 lithium, a sodium phosphate, calcium phosphate, a barium sulfate, titanium oxide, a benzoic-acid lithium, the double salt (a hydrate is included) of these compounds, a glass powder, clay (a kaolin, a bentonite, clay, etc. are included), talc, the diatom earth, a calcium carbonate, etc. are illustrated preferably. A mono dispersion silica, titanium oxide, an alumina, and a calcium carbonate are mentioned especially preferably.

[0014] In this invention as a granule radial ball child, the mean particle diameter among such inactive particles 0.05-0.3 micrometers, The addition preferably a 0.10-0.3-micrometer thing 0.05 - 0.4 % of the weight, It uses in the domain with which it is preferably satisfied of 0.1 - 0.3 % of the weight. the mean particle diameter as a large drop radial ball child 0.3-1.0 micrometers, The addition uses a 0.5-0.8-micrometer thing 0.005 to 0.05% of the weight preferably in the domain with which it is preferably satisfied of 0.01 - 0.03 % of the weight. a large drop radial ball child -- electromagnetism -- although it is more desirable not to add many on the transfer characteristic, winding will become difficult if it does not add Therefore, as for a large drop radial ball child, it is desirable to carry out \*\*\*\* little addition and to make winding nature good-ize. however -- if it adds more mostly than 0.05 % of the weight -- electromagnetism -- since the transfer characteristic gets worse, it is not desirable if winding adds difficultly on the other hand more mostly than 0.4 % of the weight even if it will add a large drop radial ball child, if a granule radial ball child is not added 0.05% of the weight or more -- electromagnetism -- it is not desirable on the transfer characteristic

At this time, 0.2 micrometers or more are required for the difference of the mean particle diameter of a large drop radial ball child and a granule radial ball child, and it is 0.3 micrometers or more preferably. this difference -- 0.2 micrometers -- the parvus, and winding nature and electromagnetism -- what satisfies both transfer characteristics is not obtained

[0015] For the film of this invention, lengthwise Young's modulus is 2 850kg/mm. Lateral Young's modulus is 2 550kg/mm above. It is required to be above. since a tape edge breaks during a tape run and it bends, or a tape may be extended and forcing to the magnetic head also becomes weak, when the Young's modulus of length and longitudinal direction is under the above-mentioned domain -- electromagnetism -- the transfer characteristic gets worse and it is not desirable

[0016] the general roll and general \*\*\*\*\* as a means which obtain such Young's modulus -- using -- every direction -- you may use the technique which may extend simultaneously, may extend in the in-every-direction orientation each serial, and is extended two or more steps in the in-every-direction orientation

[0017] The film of this invention requires that total thickness should be less than 7 micrometers. Since long-time-izing of a tape and miniaturization of a cassette size become impossible when the thickness of a film is 7 micrometers or more, it is not desirable.

[0018] The film of this invention requires that the refractive index of the thickness orientation should be 1.485 or more, and is 1.495 or more still preferably 1.490 or more preferably. If this refractive index is less than 1.485, a film becomes easy to start a delamination and a \*\*\*\*\* fraction can be deleted in the manipulation process of a film, and a manipulation process is soiled, or an object adheres to a film by the ability deleting, and it becomes the cause of an error rate, and is not desirable. Moreover, since the adhesive property of a magnetic layer and a base film will get worse locally, partial sublation of a magnetic layer will arise and the problem of a drop-out (D/O) increasing will arise after applying a magnetic layer if the delamination of a film gets worse, it is not desirable.

[0019] It is naphthalene as the thing for which a film draw magnification is made low and heat-setting temperature is made high in order to make the refractive index of the film thickness orientation high, or an acid component of polyester. - Since the Young's modulus which is the purpose of this invention will fall considerably if a draw magnification is made low although it can attain by carrying out copolymerization of 2 and 6-dicarboxylic acid and other components, it is not desirable.

[0020] On the other hand, when heat-setting temperature is raised and it gathers the refractive index of the thickness orientation, it is desirable to adjust by Young's modulus hardly falling, therefore raising heat-setting temperature. Heat-setting temperature has desirable 200-250 degrees C. Moreover, raising heat-setting temperature and gathering the refractive index of the thickness orientation also has the effect which lowers \*\*\* of the film cross direction which is the indispensable condition of this invention, and it is desirable. Moreover, it is naphthalene as an acid component of polyester. - You may carry out copolymerization of the acid component little in addition to 2 and 6-dicarboxylic acid.

[0021] The rate lengthwise [ when heat-treating the film of this invention for nine days under 65 degree-C no-load ] of a thermal contraction needs to be 0.01% or less. It is 0.08% or less preferably. After making it a tape, when this rate of a thermal contraction is larger than 0.01%, a thermal irreversible change arises and the temperature of record and regeneration differs with VTR etc., skew distortion is produced on a screen. Moreover, since a truck gap occurs and it becomes the cause of an error rate on the tape for data storage, it is not desirable.

[0022] As a means which lowers this rate of a thermal contraction, it can attain by raising the heat treatment temperature after extension (= heat-setting temperature), and this technique is desirable in order to obtain the film of this invention. However, as technique, it is not limited to this technique.

[0023] As for the film of this invention, it is desirable that the surface roughness (WRa) of a film is 2.0-6.0nm. if this WRa becomes larger than 6.0nm -- electromagnetism required as a magnetic tape for high-density record -- if WRa becomes smaller than 2.0nm difficultly as for maintaining the transfer characteristic, coefficient of friction will become large and it will become very difficult to wind up the shape of handling nature and a roll of a film

[0024] Next, although the desirable manufacture technique of the polyester film for magnetic-

recording mediums of this invention is shown and explained, it is limited to this and is not a thing. [0025] First, polyethylene which constitutes a film - It is desirable to distribute the ethylene glycol which is a diol component in the type of a slurry, and to carry out the polymerization of this ethylene glycol to a predetermined dicarboxylic-acid component as technique of making 2 and 6-naphthalate containing grain. Moreover, it is direct predetermined polyethylene about the water slurry of grain. - It mixes with 2 and 6-naphthalate pellet, a vent formula biaxial kneading extruder is used, and it is polyethylene. - The technique of elaborating to 2 and 6-naphthalate can also be used.

[0026] The method of making the high concentration master by the above-mentioned technique, diluting it with the polymer which does not contain grain substantially at the time of film production, and adjusting the content of grain as technique of adjusting the content of grain, is effective.

[0027] After drying the pellet which carries out specified quantity inclusion of the grain if needed, a well-known melting extruder is supplied, it extrudes in the shape of a sheet from a slit-like die, cooling solidification is carried out on a casting roll, and a unstretched film is made. In this case, the method of installing a high precision VCF, a static mixer, and a gear pump in polymer passage is effective in making the effect of this invention much more good. 5 micrometers of 10 micrometers of high precision VCFs are preferably effective in the effect of this invention if 95% filtration is 3 micrometers still preferably [ especially ].

[0028] Next, the biaxial stretching of this unstretched film is carried out, and it carries out a biaxial orientation. As the extension technique, a biaxial stretching or a simultaneous biaxial-stretching method can be used serially. However, it is desirable to carry out in the domain for /preferably the vertical extension temperature of 120-150 degrees C using the serial biaxial-stretching method which performs lengthwise first and next extends the cross direction 4.5 to 5.5 times and 10,000 - 50,000% of vertical extension speeds 120-140 degrees C and the 4.0 to 6.0 times as many total vertical draw magnification as this. The technique using a tenter as the crosswise extension technique is desirable, the extension temperature of 140-180 degrees C, it sets up more highly and, as for a crosswise draw magnification, it is preferably more desirable than 150-180 degrees C and vertical extension temperature to carry out in the domain for /3.0 to 5.0 times and 1,000 - 20,000% of crosswise extension speeds. The total vertical draw magnification is made into height in that case [ draw magnification / crosswise ]. Furthermore, re-length extension and re-horizontal extension are performed if needed. As extension conditions in that case, lengthwise extension has a desirable method of using a tenter as 130-180 degrees C, a 1.1 to 2.0 times as many re-draw magnification as this, and crosswise extension orientation, and, as for the extension temperature of 130-180 degrees C, and a crosswise re-draw magnification, it is desirable to carry out by 1.1 to 2.0 times.

[0029] Next, this biaxial oriented film is heat-treated. 170-260 degrees C especially of the heat treatment temperature in this case are 200-250 degrees C, and the domain for 0.5 - 60 seconds is suitable for time.

[0030] Although used as a base film of a magnetic-recording medium, since the effect of this invention becomes much more remarkable the desirable object for applied type magnetic-recording mediums, and also preferably when it uses as an object for data storage tapes further, the object for digital-storage type magnetic mediums, and, the film of this invention is desirable.

[0031]

[Example] Hereafter, an example is given and this invention is explained further. In addition, various physical-properties values and properties in this invention are carried out, measured and defined as the following.

[0032] (1) Cut a Young's modulus film in the sample width of 10mm, and length of 15cm, make it 100mm between chucks, and in stolon type omnipotent tension test equipment pulls to a part for 500mm/in 10mm a part for /and the chart speed of speed of testings, and calculate Young's modulus from the tangent of the standup section of the load-elongation curve obtained.

[0033] (2) Film surface roughness (WRa)

It measures using the non-contact three-dimensions granularity meter (TOPO-3D) made from WYKO on one 40 times the measurement scale factor of this, and measuring-plane product 242micrometerx239micrometer (0.058mm<sup>2</sup>) conditions, and from the surface analysis by built-in software, WRa is calculated by the following formulas and uses the value outputted for this granularity meter.

[0034]

[Equation 1]

$$WR_a = \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N |Z_{ij} - \bar{Z}| / (M \cdot N)$$

ここで、  $\bar{Z} = \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N Z_{ij} / (M \cdot N)$

[0035]  $Z_{jk}$  is a height on a two-dimensional granularity chart [ in M split, the j-th of each orientation when carrying out N split, and the k-th position for the measurement orientation (242 micrometers) and the orientation (239 micrometers) which goes direct with it ], respectively.

[0036] (3) Ask for the refractive index of the film thickness orientation at 25 degrees C using Na-D lines using the rate ~~Abbe refractometer~~ (product made from \*\*\*\*\* Inc.) of incurvation. It measures about the table of a film sample, and back both sides, and let the average be a refractive index (nz).

[0037] (4) Into the oven set up in rate of 65 degrees C of a thermal contraction, it is no-load, the film with a length [ of about 30cm ] and a width of 1cm which measured the exact length beforehand is put in, and it will heat-treat for nine days, and take out a sample from oven after that, and read change of the dimension after returning to a room temperature. From the length ( $L_0$ ) before heat treatment, and the amount ( $\Delta L$ ) of dimensional changes by heat treatment, it asks for the rate of a thermal contraction by the following formula (-two number).

[0038]

[Equation 2]

$$\text{熱収縮率} = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100$$

[0039] (5) CP[ by mean-particle-diameter Shimadzu ]-50 type cent \*\*\*\*\* of an inactive particle Particle Size It measures using an analyzer (Centrifugal Particle Size Analyzer). The particle size equivalent to 50 mass percent (mass percent) is read in the accumulation curve of the particle size and abundance of each particle size computed on the basis of the centrifugation curve obtained, and let this value be the above-mentioned mean particle diameter.

[0040] (6) electromagnetism -- use the noise meter made from transfer characteristic \*\*\*\*\* , and measure the S/N ratio of the magnetic tape for videos VTR is EV[ by Sony Corp. ]-S700.

[0041] (7) After a skew skew property heat-treats the videotape recorded on videotape under ordinary temperature (20 degrees C) normal relative humidity for nine days at 65 degrees C, it is again reproduced under ordinary temperature normal relative humidity, and reads the amount of gaps in a head switching point.

[0042] (8) Count a drop-out of 5microSECx10dB at the drop-out counter (for example, \*\*\*\*\*VH01BZ type) of drop-out marketing, and compute the number of counts for 1 minute.

[0043] (9) A percent shows the number of excellent articles obtained when it winds and 100 rate films of a riser excellent article are rolled round 4000m and in the shape of a roll by 500mm width. At this time, an excellent article means the following.

\*\* The film can be winding up on the cylinder, and it is square, or has not hung down and fallen.

\*\* There is no occurrence of a wrinkling in a film roll.

[0044] (10) While it is made to run for 100 hours and a run state is investigated, repeating run start and a halt by EV[ by endurance Sony Corp. ]-S700 of a magnetic tape, perform output measurement. The run endurance of the magnetic tape at this time is judged as follows.

The edge of a <three-stage judging> O:tape does not break, or it does not become wakame seaweed-like. Moreover, it can delete, and there is no \*\* and there is no face-powder adhesion.

\*\*: A crease of the edge of a tape and wakame seaweed occur a little, or little face-powder adhesion is seen.

x: A crease of a tape and occurrence of wakame seaweed are remarkable. Moreover, tape \*\*\*\* is remarkable and a face powder occurs so much.

[0045] (11) Cut to 15cm lengthwise (MD), cut the delamination film of a film to 10cm in the width orientation (TD), and put in a 5cm break in parallel with film lengthwise. By part for 1m/of speed of

testings, a break is met in parallel with lengthwise using in straw type omnipotent tension test equipment, this sample is torn, and 5cm of the torn film end faces is observed by the stereoscopic microscope 100 times the scale factor of this. An examination is performed n= 10 times and a three-stage estimates a delamination (interlaminar peeling).

O Although a :\*\*\*\*\*-less \*\*:partial target has \*\*\*\*\* slightly, it is [0046] with quite much fitness x:\*\*\*\*\* section. Polyethylene of intrinsic-viscosity 0.63dl/g (value measured at 25 degrees C, using an orthochromatic chlorophenol as a solvent) which contained the calcium-carbonate grain of 0.6 micrometers of mean particle diameters for the mono dispersion silica grain of 0.1 micrometers of [example 1] mean particle diameters 0.015% of the weight 0.2% of the weight - After drying 2 and 6-naphthalate at 180 degrees C for 5 hours, quenching solidification was carried out by the casting drum lifting held at melting extrusion and 60 degrees C at 300 degrees C, and the unstretched film was obtained.

[0047] This unstretched film was extended 5.2 times at the temperature of 120 degrees C between two rolls with the speed difference, further, by the tenter, it extended 4.3 times in longitudinal direction, and heat treatment was carried out for 15 seconds at 220 degrees C after that.

[0048] Thus, the biaxial oriented film with a thickness of 6 micrometers was obtained and rolled round.

[0049] After having put the constituent shown below into the ball mill on the other hand and kneading and distributing for 16 hours, the high-speed-shearing variance of the isocyanate compound (Desmodur L by Beyer company) 5 weight section was added and carried out for 1 hour, and it considered as magnetic coating.

Composition:needlelike Fe grain of magnetic coating 100 weight section vinyl chloride-vinyl acetate copolymer 15 weight section (Sekisui Chemical id \*\*\*\*\* 7A)

A thermoplastic polyurethane resin 5 weight section chrome oxide 5 weight section carbon black 5 weight section lecithin 2 weight section fatty acid ester 1 weight section toluene 50 weight section methyl ethyl ketone 50 weight section cyclohexanone 50 weight section [0050] Polyethylene of a \*\*\*\* [ this magnetic coating ] - It applied so that it might become one side of 2 and 6-naphthalate film in application thickness of 2 micrometers, and subsequently orientation processing was performed all over the 2500 gauss direct-current magnetic field, and supercalender processing (the linear pressure of 200kg/cm, temperature of 80 degrees C) was performed and rolled round after the stoving at 100 degrees C. This rolled-round roll was left for three days in 55-degree C oven.

[0051] Furthermore, back-coat layer coating of the following composition was applied in thickness of 1 micrometer, and it was made to dry, and judged to 8 moremm, and the magnetic tape was obtained.

Composition:carbon black of back-coat layer coating 100 weight section thermoplasticity polyurethane resin 60 weight section isocyanate compound 18 weight section (coronate L by the Japanese polyurethane industrial company)

Silicone oil 0.5 weight section methyl ethyl ketone 250 weight section toluene 50 weight section

[0052] The property of the obtained film and a tape is shown in Table 1. clear from this table -- as --\*\*\*\*\*-proof nature and rolling-up nature -- good -- electromagnetism -- the transfer characteristic, a skew property, run endurance, and % were also good

[0053] Instead of the addition inactive particle in the [example 2] example 1, as a granule radial ball child, the mono dispersion silica grain of 0.1 micrometers of mean particle diameters was made to contain 0.02% of the weight, and others obtained the unstretched film similarly.

[0054] This unstretched film was extended 5.2 times at the temperature of 120 degrees C between two rolls with the speed difference, further, by the tenter, it extended 4.3 times in longitudinal direction, and heat treatment was carried out for 10 seconds at 220 degrees C after that. Furthermore, suspension heat treatment was carried out in the oven heated by 110 degrees C, and the biaxial oriented film with a thickness of 4.5 micrometers which carried out relaxation processing 0.3% by this was obtained.

[0055] Hereafter, the tape was obtained like the example 1. This result is shown in Table 1. The good result was obtained like the example 1.

[0056] the inactive particle which carries out [example 3] addition -- an example 2 -- the same -- carrying out -- an acid component \*\*\*\*\* -- a 4 and 4'-diphenyl dicarboxylic acid -- three mol% per

all acid components -- the film and the tape were obtained for polyethylene-2 and 6-naphthalate to contain like the example 1. This result is shown in Table 1. It is good like an example 1 and the result especially with sufficient \*\*\*\*\*-proof nature was obtained.

[0057] In the [example 1 of comparison] example 1, the vertical draw magnification was increased 3.6 times, the horizontal draw magnification was increased 3.9 times (in addition to this, conditions are the same as an example 1), and the biaxial oriented film with a thickness of 4.5 micrometers and the tape were obtained. The result is shown in Table 1. Since Young's modulus was low, performance traverse was poor. moreover, electromagnetism -- since the waist of transfer characteristic of a tape was weak, it was not good

[0058] In the [example 2 of comparison] example 1, the vertical draw magnification was made into 6.1 times, the \*\*\*\* draw magnification was made into 3.9 times, heat treatment was carried out for 10 seconds (others are example 1 identities) at 190 degrees C, and the biaxial oriented film with a thickness of 4.5 micrometers and the tape were obtained. The result is shown in Table 1. The draw magnification was high, since heat treatment temperature was low, the refractive index of the thickness orientation became low and the result with bad \*\*\*\*\* nature and D/O bad as a result considered to be based on local \*\*\*\*\* of MAG was brought.

[0059] In the [example 3 of comparison] example 1, heat treatment temperature was carried out in 10 seconds at 190 degrees C (others are the same as that of an example 1), and the film and the tape were obtained. The result is shown in Table 1. Since heat treatment temperature was low, the rate of a thermal contraction became high and the skew property brought the bad result from the example 1 as the result.

[0060] In the [example 4 of comparison] example 1, the mono dispersion silica grain of 0.1 micrometers of mean particle diameters was made to contain 0.3% of the weight instead of inactive grain (others are the same as that of an example 1), and the film and the tape were obtained. The result is shown in the 1st table. The inactive grain to contain was a single component, and since a surface roughness WRa was low, the result with quite bad rolling-up nature was brought.

[0061]

Table 1

		実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
ポリマー		PEN	PEN	PEN (4,4'-D共重合)	PEN	PEN	PEN	PEN
フィルム厚み	μm	6	4.5	6	4.5	4.5	6	6
添加粒子	種類	—	シリカ	シリカ	シリカ	シリカ	シリカ	シリカ
	粒径	μm	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	添加量	重量%	0.3	0.2	0.2	0.3	0.3	0.3
	種類	—	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	炭酸カルシウム	—
	粒径	μm	0.6	0.8	0.6	0.6	0.6	—
	添加量	重量%	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	—
<ベースフィルム特性>								
表面粗さ	WRa	nm	5.0	4.0	4.5	4.9	5.0	1.9
ヤング率	MD	kg/mm <sup>2</sup>	890	860	860	630	1000	890
	TD	kg/mm <sup>2</sup>	580	560	560	650	570	580
熱収縮率	TD	(65°C × 9日)	%	0.008	0.004	0.006	0.008	0.001
厚み方向屈曲率	—		1.486	1.491	1.496	1.490	1.470	1.485
デラミ性	—	○	○	○	○	×	○	○
巻き上がり良品率	%	95	93	94	90	93	90	45
<磁気テープ特性>								
電磁変換特性	dB	±0 (基準)	+2.0	+1.0	-1.0	±0	±0	+2.5
スキュー	μ sec	3	1	3	4	3	15	6
D/O	ヶ/min	7	6	6	8	30	7	7
走行耐久性		○	○	○	×	○	○	○

[0062]

[Effect of the Invention] according to this invention -- electromagnetism -- it excels in the transfer characteristic, run endurance, skew distortion, rolling-up nature, and \*\*\*\*\*-proof nature, and useful biaxial-orientation polyethylene-2 and 6-naphthalate film can be offered as a base film of the high-density magnetic-recording medium with few drop-outs (= error rate)

---

[Translation done.]